

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-113463

(43)Date of publication of application : 18.04.2003

(51)Int.Cl.

C23C 14/06

B23B 27/14

B23C 5/16

B23P 15/28

(21)Application number : 2001-295425

(71)Applicant : TOSHIBA TUNGALOY CO LTD

(22)Date of filing : 27.09.2001

(72)Inventor : KOBATA MAMORU

(30)Priority

Priority number : 2001236800 Priority date : 03.08.2001 Priority country : JP

(54) COATED MEMBER WITH TiAl ALLOY FILM AND MANUFACTURING METHOD THEREFOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a coated member with a TiAl alloy film, superior in machinability such as abrasion resistance, by satisfying high efficiency of cutting work.

SOLUTION: This manufacturing method comprises adjusting substrate voltage applied between a vacuum chamber and a substrate by lowering and then increasing it in a range of -20 V to -300 V continuously and/or stepwisely in a process of forming the TiAl alloy film. Thus manufactured member coated with the TiAl alloy film has superior machinability such as abrasion resistance and fracture resistance, because of being coated with the film having high residual compression stress, high oxidation resistance and satisfactory adhesiveness.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-113463

(P2003-113463A)

(43) 公開日 平成15年4月18日 (2003.4.18)

| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | キーワード (参考) |
|---------------------------|------|---------------|-------------|
| C 2 3 C 14/06 | | C 2 3 C 14/06 | A 3 C 0 4 6 |
| B 2 3 B 27/14 | | B 2 3 B 27/14 | A 4 K 0 2 9 |
| B 2 3 C 5/16 | | B 2 3 C 5/16 | |
| B 2 3 P 15/28 | | B 2 3 P 15/28 | A |

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 10 頁)

| | | | |
|--------------|------------------------------|-----------|---|
| (21) 出願番号 | 特願2001-295425 (P2001-295425) | (71) 出願人 | 000221144 東芝タンガロイ株式会社 神奈川県川崎市幸区堀川町580番地 ソリ ッドスクエア |
| (22) 出願日 | 平成13年9月27日 (2001.9.27) | (72) 発明者 | 木幡 護 神奈川県川崎市幸区堀川町580番地 ソリ ッドスクエア 東芝タンガロイ株式会社内 |
| (31) 優先権主張番号 | 特願2001-236800 (P2001-236800) | Fターム (参考) | 3C046 FF10 FF23 4K029 BA41 BA54 BA55 BA58 BA60 BB02 BC01 BD05 CA04 CA13 |
| (32) 優先日 | 平成13年8月3日 (2001.8.3) | | |
| (33) 優先権主張国 | 日本 (J P) | | |

(54) 【発明の名称】 T i A l 化合物膜被覆部材およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 近年切削加工の高能率化が求められ、従来の T i A l 化合物膜被覆部材より耐摩耗性などの切削性能が優れる T i A l 化合物膜被覆部材が求められるようになった。

【解決手段】 T i A l 化合物膜形成工程中に該真空容器と該基材間に印加する基材電圧を-20V~-300Vの範囲で連続的および/または段階的に降下させたのち上昇させるという調整を行い T i A l 化合物膜を被覆した。こうして作製された T i A l 化合物膜被覆部材には残留圧縮応力と耐酸化性が高く密着性の良い被膜が被覆されているため、従来品に比べ耐摩耗性、耐欠損性などの切削性能が高い。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 少なくとも一つのエッジ稜線を有する形状に形成された基材の表面に単層膜または多層膜の被膜が被覆された被覆部材において、該被膜は、Ti と Al を含む窒化物、炭化物、炭窒化物、炭酸化物、窒酸化物、炭窒酸化物の中の少なくとも 1 種からなる Ti Al 化合物膜を含み、該エッジ稜線の近接部における該 Ti Al 化合物膜は、Ti / Al 原子比が該 Ti Al 化合物膜内で最大となる第 1 膜層と、該第 1 膜層に対し Ti / Al 原子比が小さい第 2 膜層とを含む少なくとも 2 層の多層膜からなり、該エッジ稜線の近接部を除いた該 Ti Al 化合物膜表面の中心部における Ti Al 化合物膜は、Ti / Al 原子比が一定である単層膜からなる Ti Al 化合物膜被覆部材。

【請求項 2】 前記第 1 膜層は、Ti / Al 原子比が前記基材の表面側から該 Ti Al 化合物膜の内部に向かって連続的および／または段階的に増加したのち最大となり、その後該 Ti Al 化合物膜の表面側に向かって減少する請求項 1 に記載の Ti Al 化合物膜被覆部材。

【請求項 3】 前記エッジ稜線の近接部は、該エッジ稜線から該 Ti Al 化合物膜表面の中心部に向かって幅 2 mm 以内の領域である請求項 1 または 2 に記載の Ti Al 化合物膜被覆部材。

【請求項 4】 前記エッジ稜線の近接部における Ti Al 化合物膜は、膜厚さ方向で前記第 1 膜層が前記第 2 膜層で挟持された 3 層でなり、該第 1 膜層、該第 2 膜層の Ti / Al 原子比をそれぞれ A、B と表したときに、 $0.90 \leq A \leq 2.00$ 、および $0.82 \leq B \leq 1.50$ である請求項 3 に記載の Ti Al 化合物膜被覆部材。

【請求項 5】 前記 Ti Al 化合物膜は (Ti_x, Al_y) N_z で表され、x は金属元素中の Ti の原子比、y は金属元素中の Al の原子比、z は、Ti と Al の合計に対する N の原子比を表し、それぞれが $x + y = 1$ 、 $0.66 \geq x \geq 0.46$ 、 $0.54 \geq y \geq 0.34$ 、 $1.05 \geq z \geq 0.7$ の関係にある請求項 1 ～ 4 のいずれか 1 項に記載の Ti Al 化合物膜被覆部材。

【請求項 6】 前記 Ti Al 化合物膜は、(Ti_a, Al_b, M_c) N_d で表され、M は Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Si、B、Mg、Fe、Sn、Mn、Sc、Y、ランタン系希土類元素の中の少なくとも 1 種を表し、a は Ti と Al と M の合計に対する Ti の原子比、b は Ti と Al と M の合計に対する Al の原子比、c は Ti と Al と M の合計に対する M の原子比、d は Ti と Al と M の合計に対する N の原子比を表し、それぞれが $a + b + c = 1$ 、 $0.66 \geq a \geq 0.32$ 、 $0.54 \geq b \geq 0.24$ 、 $0.3 \geq c \geq 0.1$ 、 $0.5 \geq d \geq 0.7$ の関係にある請求項 1 ～ 4 のいずれか 1 項に記載の Ti Al 化合物膜被覆部材。

【請求項 7】 前記 Ti Al 化合物膜は、(Ti_a, Al_b, M_c) N_d で表され、M は V、Nb、Ta、Cr、

Mo、W、Y、Mn の中の少なくとも 1 種を表し、a は Ti と Al と M の合計に対する Ti の原子比、b は Ti と Al と M の合計に対する Al の原子比、c は Ti と Al と M の合計に対する M の原子比、d は、Ti と Al と M の合計に対する N の原子比を表し、それぞれが $a + b + c = 1$ 、 $0.66 \geq a \geq 0.32$ 、 $0.54 \geq b \geq 0.24$ 、 $0.3 \geq c \geq 0.1$ 、 $0.5 \geq d \geq 0.7$ の関係にある請求項 6 に記載の Ti Al 化合物膜被覆部材。

【請求項 8】 前記被膜は、Ti、Ti の炭化物、窒化物、炭窒化物、炭酸化物、窒酸化物、炭窒酸化物の中の少なくとも一種の下層膜を含み、該下層膜が前記基材と前記 Ti Al 化合物膜との間に介在されている請求項 1 ～ 7 のいずれか 1 項に記載の Ti Al 化合物膜被覆部材。

【請求項 9】 前記被膜は前記 Ti Al 化合物膜の他に、Ti、Ti の炭化物、窒化物、炭窒化物、炭酸化物、窒酸化物、炭窒酸化物の中の少なくとも一種でなる最外層を含み、該 Ti Al 化合物膜の表面に該最外層が被覆されている請求項 1 ～ 8 のいずれか 1 項に記載の Ti Al 化合物膜被覆部材。

【請求項 10】 前記基材が鉄系金属材料、非鉄系金属材料、超硬合金、サーメット、セラミックス焼結体、または超高压焼結体の少なくとも一種である請求項 1 ～ 9 のいずれか 1 項に記載の Ti Al 化合物膜被覆部材。

【請求項 11】 前記 Ti Al 化合物膜被覆部材は、切削工具である請求項 10 に記載の Ti Al 化合物膜被覆部材。

【請求項 12】 真空容器内に少なくとも一つのエッジ稜線を有する基材を担持し、該基材表面に単層膜または多層膜の被膜を被覆する工程において、少なくとも一工程が Ti Al 化合物膜形成工程であり、該 Ti Al 化合物膜形成工程中に該真空容器と該基材間に印加する基材電圧を $-20\text{V} \sim -300\text{V}$ の範囲で連続的および／または段階的に降下させたのち上昇させるという調整を行う Ti Al 化合物膜被覆部材を製造する方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 この発明は Ti Al 化合物膜を被覆した部材に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 工具や耐摩耗部品の特性向上のため (Ti, Al) N を金属材料あるいは超硬合金の上に形成した硬質膜被覆部材が広く用いられている。近年、被膜特性および基材との密着性を向上させるため特開平 3-188265 号公報、特開平 6-316756 号公報、特開平 8-267306 号公報が提案されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 特開平 3-188265 号公報には母材の表面から被覆層表面に向かって Ti の炭化物、窒化物または炭窒化物から Ti と Al の合金

$Ti_{1-x}Al_x$ ($0 < x \leq 0.7$) の炭化物、窒化物または炭窒化物まで変化した被覆層が提案されているが、被覆層の残留圧縮応力が低いため耐欠損性や耐摩耗性が十分に確保されない。特開平6-316756号公報にはTiAlN被膜においてAlの原子濃度が0.6以下であり、かつAl濃度の異なる3層以上のTiAlN被膜からなる積層構造であり、上記TiAlN被膜により挟まれたTiAlN中間被膜におけるAl濃度が上下のTiAlN被膜より小さい層を含むことを特徴とする耐食・耐摩耗性被膜が提案されているが、切削工具に用いた場合、被膜が剥離しやすいため、十分な性能が得られない。特開平8-267306号公報には基材表面に被覆されたTiAl化合物層はTiAl化合物層のTi/Al原子比（以後Ti/Al比と表示する）が基材表面と平行な方向に変化しておりかつエッジ部において最も高くなっていることを特徴とする硬質層被覆切削工具が提案されている。エッジ稜線と面方向にエッジ稜線より幅2mmを超えた領域の被膜組成が異なるが、切削工具として用いた場合、温度が上がるエッジ稜線でTiAl化合物層のTi/Al比が高いため被膜が酸化しやすいという欠点があり、TiAl化合物層の表面にTiNを被覆してもTiNの耐摩耗性が劣るため早期にTi/Al比が高いTiAl化合物層が露出するためやはり酸化しやすいという問題が残る。そこで本発明は密着性が高く耐酸化性に優れ欠けにくいTiAl化合物膜被覆部材およびその製造方法の開発を目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】発明者は、TiAl化合物膜の強度や密着性を上げる手段を種々検討した結果、TiAl化合物膜形成工程中に真空容器と基材間に印加する基材電圧を-20V〜-300Vの範囲で連続的および/または段階的に降下させたのち上昇させるという調整を行ってTiAl化合物膜を被覆した部材が優れた性質を示すことを見出した。

【0005】本発明のTiAl化合物膜被覆部材製造方法の特徴はTiAl化合物膜被覆時の基材電圧を制御することであり、本発明の製造条件で作製されたTiAl化合物膜に含まれるTiとAlの比率の分布は特徴的である。少なくとも一つのエッジ稜線を有する形状の基材にTiAl化合物膜を形成するとTi/Al比が最大となる第1膜層と、第1膜層に対しTi/Al比が小さい第2膜層が少なくとも2層の多層膜からなるTiAl化合物膜がエッジ稜線の近接部に形成され、エッジ稜線の近接部を除いたTiAl化合物膜表面の中心部におけるTi/Al比は一定であるTiAl化合物膜が形成される。切削工具として使用する場合、エッジ稜線の近接部におけるTiAl化合物膜は、膜厚さ方向で該第1膜層が該第2膜層で挟持された3層でなり、該第1膜層、該第2膜層のTi/Al原子比をそれぞれA、Bと表したときに、 $0.90 \leq A \leq 2.00$ 、および $0.82 \leq B$

≤ 1.50 であるTiAl化合物膜被覆部材が好ましい。

【0006】

【発明の実施の態様】少なくとも一つのエッジ稜線を有する形状は、例えばJIS規格B4104-1989、該規格B4114-1993、該規格B4115-1993、該規格B4116-1987、該規格B4117-1991、該規格B4120-1985、該規格B4121-1985、該規格B4122-1985、該規格B4123-1985に示される工具、製缶工具、冷間加工用金型、熱間加工用金型があげられる。

【0007】TiAl化合物膜は物理蒸着法（以後PVD法と表示する）で作製されるのが好ましいが、PVD法の中でもアークイオンプレーティング方式を用いると密着性に優れるので特に好ましい。本発明品を作製する方法として、組成が異なるターゲットを2種類以上使用してコーティングする方法①とコーティング時に該真空容器と該基材間の基材電圧を変える方法②を例示できる。方法①によって本発明品を作製する場合、組成が異なる2種類以上のターゲットを用意しなければならず、コーティング中にパラメーターを頻繁に変えるため工程が複雑化し技術的に非常に難しい。方法②によって本発明品を作製する場合、最少限のターゲット、基本的には1種類のターゲットを用いればよくコーティング中にパラメーターを制御することで本発明品を得られるため、工程が簡素化され好ましい。

【0008】方法②について詳しく述べると、PVD法による被覆工程を、基材をガス雰囲気調整可能な真空容器内に設置する第1工程と、真空容器内を真空排気ののち基材を加熱し基材表面をエッチングし真空容器内を被膜形成するためのガス雰囲気とする第2工程と、被膜を形成する際にプラズマ雰囲気中でイオンを高電圧の電源で加速する第3工程に大別した場合、第3工程の中でTiAl化合物膜を被覆する工程中に基材電圧を連続的および/または段階的に降下させたのち上昇させる調整を行うことによって本発明品が得られる。

【0009】基材電圧を高くした条件で作製した被膜は基材電圧を低くした条件で作製した被膜よりも残留圧縮応力が小さく、密着性向上には有利であるが、被覆温度が低いため熱拡散が少なく実際には密着性が低い。一層のTiAl化合物膜について膜厚さ方向におおよそ3分割し、基材に近い部分を基材側、上下に挟まれた部分を中間部分、表面に近い部分を表面側とした場合、TiAl化合物膜の基材側を、基材電圧を低くした条件で被覆すると、被覆温度が高いため熱拡散が生じ密着性向上に有利であるが、強い残留圧縮応力により剥がれやすいので好ましくない。本発明のTiAl化合物膜被覆工程ではTiAl化合物膜の基材側を被覆するとき基材電圧を-20〜-40Vとして残留圧縮応力の小さい被膜が被覆される。

【0010】次いでTiAl化合物膜の中間部分を被覆する工程中、基材電圧を図1～図4に例示したように-20～-40Vから-200～-300Vまで連続的および/または段階的に降下させる。基材電圧が低い条件で作製した被膜は基材電圧が高い条件で作製した被膜よりも残留圧縮応力が高い。基材電圧を-20～-40Vから急にまたは不連続的に-200～-300Vに下げると基材側と中間部分の間で剥離する可能性が高くなる。これは中間部分の高い残留圧縮応力によるものと考えられる。本発明のように基材電圧を-20～-40Vから-200～-300Vまで連続的および/または段階的に降下させると、TiAl化合物膜の残留圧縮応力が連続的および/または段階的に高くなるため基材側と中間部分の間で剥離しにくくなる。高い残留圧縮応力を持つTiAl化合物膜の中間部分は耐欠損性や耐摩耗性に優れる。また基材電圧が低い条件で被膜を被覆するとイオンの運動エネルギーが高くなるため、被覆温度が上昇しイオン注入効果が増大する。TiAl化合物膜の中間部分の被覆時に生じる高い温度とイオン注入効果はTiAl化合物膜の基材側にも影響をおよぼし、温度の上昇やイオン注入効果によってTiAl化合物膜の基材側の密着性が高くなる。これはサーマルスパイク効果と呼ばれる。

【0011】基材電圧はTiAl化合物膜の組成にも影響をおよぼす。基材電圧が高い条件で被覆したTiAl化合物膜のTi/Al比は均一であるが、基材電圧が低い条件でTiAl化合物膜を被覆した場合、面方向にエッジ稜線から2mmを超えた領域のTiAl化合物膜のTi/Al比に比較して面方向にエッジ稜線から幅2mm以内の領域のTiAl化合物膜のTi/Al比が高くなる。これはエッジ効果と呼ばれる。TiAl化合物膜の硬さと耐酸化性はTi/Al比が0.7付近のとき最も高く、それよりもTiリッチまたはAlリッチになるとTiAl化合物膜の硬さと耐酸化性は低下する。本発明のTiAl化合物膜のTi/Al比は0.7以上であり、Ti/Al比が高くなるとともに硬さと耐酸化性は低下する。したがって、基材電圧を低くして被覆すると、エッジ効果により面方向にエッジ稜線から幅2mm以内の領域のTiAl化合物膜のTi/Al比が高くなることで硬さの低下が懸念されるが、実際は残留圧縮応力が高くなるため、見かけ上の硬さが高くなり耐摩耗性が向上する。耐欠損性についても残留圧縮応力が高くなるため向上する。

【0012】次に基材電圧を-200～-300Vから-20～-40Vまで上昇させる。TiAl化合物膜の表面側は基材電圧を高くした条件で被覆する。エッジ効果がほとんどなくなったTiAl化合物膜の表面側はTi/Al比が均一となり面方向にエッジ稜線から幅2mm以内の領域の耐酸化性が向上する。またTi/Al比は均一であるため被膜表面の色調が均一になり使用コー

ナー識別が容易になる。

【0013】以上のような機能を持たせるためTiAl化合物膜を被覆する工程中、基材電圧を連続的および/または段階的に降下させたのち上昇させる。本発明品を断面観察すると面方向にエッジ稜線から幅2mm以内の領域のTiAl化合物膜の中間部分のTi/Al比が高いことを確認できる。TiAl化合物膜が数μm程度の厚さであれば光学顕微鏡観察により確認できる場合もある。

【0014】基材電圧が-20V未満ではイオンの運動エネルギーが低下するためTiAl化合物膜の密着性が低下する。基材電圧が-300Vを超えるとTiAl化合物膜の残留圧縮応力が高くなり過ぎチッピングを起こしやすくなる。そのため基材電圧の範囲を-20～-300Vとした。アーク電圧は35～45V、アーク電流は130～170A、窒素源としてはN₂=160～220SCCMが好ましい。金属原料ターゲットはTiターゲットとAlターゲットと分けて装着するよりもTiとAlを同時に含むターゲットを装着することが好ましく、前記ターゲットに含まれるTiとAlの原子比は0.8<Ti/Al比<1.2が好ましい。

【0015】前述のようにTiAl化合物膜のTi/Al比は、被膜の硬さ、耐酸化性に影響をおよぼす。TiAl化合物膜の硬さと耐酸化性はTi/Al比が0.7付近のとき最も高く、それよりもTiリッチまたはAlリッチになるとTiAl化合物膜の硬さと耐酸化性は低下する。Ti/Al比が2.00を超えると所望の硬さが得られず、Ti/Al比が0.82以下になると硬さの低い六方晶構造のTiAl化合物膜を生成する可能性が高くなる。そのためTiAl化合物膜のTi/Al比は0.82≤Ti/Al比≤2.00が好ましく、エッジ稜線の近接部におけるTiAl化合物膜が、膜厚さ方向で第1膜層が第2膜層で挟持された3層構造である場合、エッジ効果によりTi/Al比が高い第1膜層は0.90≤Ti/Al比≤2.00が好ましく、エッジ効果が生じない第2膜層は0.82≤Ti/Al比≤1.50が好ましい。

【0016】TiAl化合物膜はTiとAlを含む窒化物、炭化物、炭窒化物、炭酸化物、窒酸化物、炭酸窒化物の少なくとも一種からなるTiAl化合物の膜であるが、その中でも(Ti_x, Al_y)N_zで表され、xは金属元素中のTiの原子比、yは金属元素中のAlの原子比、zは、TiとAlの合計に対するNの原子比を表し、それぞれがx+y=1、0.66≥x≥0.46、0.54≥y≥0.34、1.05≥z≥0.7の関係を満たすTiAl化合物膜が好ましい。Zが1.05を超える場合、TiAl化合物膜が立方晶構造以外の構造の被膜を含むため硬さが低下する。Zが0.7未満の場合、TiAl化合物膜中に空孔が多くなるため硬さが低下する。

【0017】TiAl化合物膜としては(Ti, Al)_xN_zに加えて第3の金属成分を含んだ(Ti_a, Al_b, M_c)N_dもよい。具体的には(Ti_a, Al_b, M_c)N_dで表され、MはZr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Si、B、Mg、Fe、Sn、Mn、Sc、Y、ランタン系希土類元素の中の少なくとも1種を表し、aはTiとAlとMの合計に対するTiの原子比、bはTiとAlとMの合計に対するAlの原子比、cはTiとAlとMの合計に対するMの原子比、dはTiとAlとMの合計に対するNの原子比を表し、それぞれが $a + b + c = 1$ 、 $0.66 \geq a \geq 0.32$ 、 $0.54 \geq b \geq 0.24$ 、 $0.3 \geq c \geq 0$ 、 $1.05 \geq d \geq 0.7$ の関係にあるTiAl化合物膜も好ましい。その中でもMがV、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Y、Mnの中の少なくとも1種である場合、耐摩耗性が良く特に好ましい。なお第3の金属成分の原子比Cは0.3を超えると(Ti_a, Al_b, M_c)N_d被膜の結晶性が低下するため、 $0.3 \geq c \geq 0$ と定めた。

【0018】TiAl化合物膜を被覆する基材としては、PVD法により被覆可能な基材であれば問題なく、特に鉄系金属材料、非鉄系金属材料、超硬合金、サーメット、セラミックス、または超高压焼結体に被覆すると耐摩耗性および耐酸化性が高くなり好ましい。その中でも超硬合金、サーメットを基材に用いた場合、基材に靱性、TiAl化合物膜に耐摩耗性および耐酸化性を持たせることができるため、さらに好ましい。形状としては少なくとも一つのエッジ稜線を有する基体であれば良

く、その中でもスローアウェイチップ、エンドミル、ドリルなどの切削工具に本発明を適用すると効果が高く好ましい。

【0019】本発明のTiAl化合物膜を基材に被覆する場合、直接被覆しても良いが、TiN、TiC、T(C, N)、Ti(C, O)、Ti(N, O)、Ti(C, N, O)などのTi化合物やTiなどの金属膜を下層膜、本発明のTiAl化合物膜を上層膜としてもよい。また本発明のTiAl化合物膜を重ねて被覆し2層以上の多層膜にしてもよい。また、外観色を改善するため本発明のTiAl化合物膜の表面にTiN、TiC、T(C, N)、Ti(C, O)、Ti(N, O)、Ti(C, N, O)などのTi化合物膜やTiなどの金属膜を最外層膜として被覆してもよい。

【0020】

【発明の実施の形態】

【実施試験1】基材としてK10相当のWC超硬合金でISO規格SNGA120408形状のスローアウェイチップを用意し、アルカリ洗剤を使用し表面を洗浄した。スローアウェイチップは真空炉内に設置し真空排気を行った。真空炉内の圧力が 1.33×10^{-2} Pa以下になったら表1に示すように設定温度500℃まで加熱した。圧力が 1.33×10^{-2} Pa以下に戻ったことを確認し、表1に示すエッチング、コーティングの条件を設定してPVDコーティング処理した。

【0021】

【表1】

| 試料名 | 工程 | ターゲット | アーク電圧 (V) | アーク電流 (A) | 基材電圧 ^{注2)} (V) | ガス① | | ガス② | | 加熱温度 (℃) | 時間 (分) |
|-------|---------------------|-------|--------------|--------------|----------------------------|----------------|--------------|----------------|--------------|-------------|-----------|
| | | | | | | 種類 | 流量 (SCCM) | 種類 | 流量 (SCCM) | | |
| 実施例 1 | 加熱 | — | — | — | — | — | — | — | — | 500 | 60 |
| | イフンク ^{注1)} | Ti | 38 | 120 | -600 | Ar | 50 | N ₂ | 20 | 500 | 15 |
| | (Ti,Al)N① | TiAl | 38 | 150 | -40 | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 50 |
| | (Ti,Al)N② | TiAl | 38 | 150 | -40→-300 ^{注3)} | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 50 |
| | (Ti,Al)N③ | TiAl | 38 | 150 | -40 | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 50 |
| 実施例 2 | 加熱 | — | — | — | — | — | — | — | — | 500 | 60 |
| | イフンク ^{注1)} | Ti | 38 | 100 | -650 | Ar | 40 | N ₂ | 20 | 500 | 10 |
| | (Ti,Al)N① | TiAl | 38 | 150 | -30 | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 35 |
| | (Ti,Al)N② | TiAl | 38 | 150 | -70 | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 5 |
| | (Ti,Al)N③ | TiAl | 38 | 150 | -130 | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 5 |
| | (Ti,Al)N④ | TiAl | 38 | 150 | -200 | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 5 |
| | (Ti,Al)N⑤ | TiAl | 38 | 150 | -250 | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 10 |
| | (Ti,Al)N⑥ | TiAl | 38 | 150 | -150 | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 5 |
| | (Ti,Al)N⑦ | TiAl | 38 | 150 | -70 | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 5 |
| | (Ti,Al)N⑧ | TiAl | 38 | 150 | -40 | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 5 |
| 比較例 1 | 加熱 | — | — | — | — | — | — | — | — | 500 | 60 |
| | イフンク ^{注1)} | TiAl | 38 | 120 | -600 | Ar | 60 | N ₂ | 70 | 500 | 15 |
| | (Ti,Al)N | TiAl | 38 | 100 | -100 | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 50 |
| 比較例 2 | 加熱 | — | — | — | — | — | — | — | — | 500 | 60 |
| | イフンク ^{注1)} | Ti | 38 | 90 | -800 | Ar | 50 | N ₂ | 70 | 500 | 15 |
| | (Ti,Al)N① | Ti | 35 | 90 | -300 | N ₂ | 180 | — | — | 500 | 15 |
| | | TiAl | 32 | 50 | | | | | | | |
| | (Ti,Al)N② | Ti | 35 | 70 | -300 | N ₂ | 190 | — | — | 500 | 15 |
| | | TiAl | 35 | 80 | | | | | | | |
| | (Ti,Al)N③ | Ti | 35 | 90 | -300 | N ₂ | 180 | — | — | 500 | 15 |
| | | TiAl | 32 | 50 | | | | | | | |
| 比較例 3 | 加熱 | — | — | — | — | — | — | — | — | 500 | 60 |
| | イフンク ^{注1)} | Ti | 38 | 120 | -1000 | Ar | 60 | — | — | 700 | 5 |
| | TiN | Ti | 38 | 120 | -200 | N ₂ | 180 | — | — | 700 | 10 |
| | (Ti,Al)N① | TiAl | 38 | 120 | -20 | N ₂ | 180 | — | — | 700 | 10 |
| | (Ti,Al)N② | TiAl | 38 | 120 | -60 | N ₂ | 180 | — | — | 700 | 10 |
| | (Ti,Al)N③ | TiAl | 38 | 120 | -150 | N ₂ | 180 | — | — | 700 | 10 |
| | (Ti,Al)N④ | TiAl | 38 | 120 | -300 | N ₂ | 180 | — | — | 700 | 10 |

注 1) 蒸発源の陽極と陰極の間のアーク電圧

注 2) 基材と真空容器の間の基材電圧

注 3) 基材電圧を 50 分かけて -40 V から -300 V まで連続的に降下した。

* 1) = 50 : 50 (原子比) のターゲットを示し、Ti

30 は Ti ターゲットを示した。作製した試料の膜厚と Ti / Al 比を表 2 に示した。

【0023】

【0022】使用ターゲット欄の Ti Al は (Ti, Al *

【表 2】

| 試料名 | 被膜の種類 | TiAl 化合物膜または TiN 膜 | | | 総膜厚 (μm) |
|-------|--|--------------------|------------|-----------------------|--------------------------------|
| | | 構造 | 膜厚 (μm) | エッジ近接部の Ti/Al 比 (原子比) | エッジから 2mm 離れた箇所の Ti/Al 比 (原子比) |
| 実施例 1 | (Ti,Al)N | 基材側(Ti,Al)N | 1.5 | 1.10 | 1.10 |
| | | 中間部分(Ti,Al)N | 1.0 | 1.30 | |
| | | 表面側(Ti,Al)N | 0.8 | 1.10 | |
| 実施例 2 | (Ti,Al)N | 基材側(Ti,Al)N | 1.5 | 1.10 | 1.10 |
| | | 中間部分(Ti,Al)N | 1.0 | 1.30 | |
| | | 表面側(Ti,Al)N | 0.8 | 1.10 | |
| 比較例 1 | (Ti,Al)N | 均一組成(Ti,Al)N | 3.0 | 1.16 | 1.12 |
| 比較例 2 | (Ti,Al)N | 基材側(Ti,Al)N | 1.0 | 1.39 | 1.22 |
| | | 中間部分(Ti,Al)N | 1.1 | 1.19 | 1.09 |
| | | 表面側(Ti,Al)N | 1.0 | 1.39 | 1.22 |
| 比較例 3 | 第 1 層 TiN + 第 2 層 (Ti,Al)N | TiN | 0.3 | — | — |
| | | 基材側(Ti,Al)N | 0.8 | 1.08 | 1.08 |
| | | 中間部分基材側(Ti,Al)N | 0.8 | 1.11 | 1.12 |
| | | 中間部分表面側(Ti,Al)N | 0.8 | 1.36 | 1.25 |
| | | 表面側(Ti,Al)N | 0.7 | 1.45 | 1.28 |

【0024】作製した実施例 1～2 および比較例 1～3

に対してロックウェルダイヤモンド圧子を用いたスクラ

ッチ試験を行いエッジ稜線の近接部の被膜が剥離する臨

界荷重 (スクラッチ強度) を測定した。また、被削材に

S48C (HB205~223) を使い、切削速度: $V = 150 \text{ m/min}$ 、切り込み: $d = 1.5 \text{ mm}$ 、送り: $f = 0.3 \text{ mm/rev}$ 、水溶性切削油使用という切削条件で旋盤による切削試験を20分間行った。表3にスクラッチ強度と切削試験後の逃げ面摩耗量 V_B を記載した。表3に示されるように実施例1~2は比較例*

*1~3よりもスクラッチ強度が高く、逃げ面摩耗量 V_B も小さい。このことから実施例1~2は比較例1~3よりも被膜と基材の密着性が高く、摩耗しにくいことが分かる。

【0025】

【表3】

| 試料名 | スクラッチ強度 (N) | 逃げ面摩耗量 (mm) |
|-------|----------------|----------------|
| 実施例 1 | 85 | 0.07 |
| 実施例 2 | 80 | 0.06 |
| 比較例 1 | 60 | 0.12 |
| 比較例 2 | 65 | 0.12 |
| 比較例 3 | 70 | 0.11 |

【0026】

※った。

【実施試験2】ターゲットにTiAlYを使い表4に示す条件でコーティングした以外は実施試験1と同様に行※

【0027】

【表4】

| 試料名 | 工程 | ターゲット | アーク 電圧 ^{注1)} (V) | アーク 電流 (A) | 基材電圧 ^{注2)} (V) | ガス① | | ガス② | | 加熱 温度 (℃) | 時間 (分) |
|-------|------------|-------|---------------------------------|------------------|----------------------------|----------------|--------------|-----------------|--------------|-----------------|-----------|
| | | | | | | 種類 | 流量 (SCCM) | 種類 | 流量 (SCCM) | | |
| 実施例 3 | 加熱 | — | — | — | — | — | — | — | — | 500 | 60 |
| | エッチング | Ti | 35 | 120 | -600 | Ar | 60 | N ₂ | 70 | 500 | 15 |
| | (TiAlY)N① | TiAlY | 35 | 150 | -30 | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 50 |
| | (TiAlY)N② | TiAlY | 35 | 150 | -30→-200 ^{注3)} | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 10 |
| | (TiAlY)N③ | TiAlY | 35 | 150 | -200→-30 ^{注4)} | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 5 |
| | (TiAlY)N④ | TiAlY | 35 | 150 | -30 | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 15 |
| 実施例 4 | 加熱 | — | — | — | — | — | — | — | — | 500 | 60 |
| | エッチング | Ti | 35 | 120 | -600 | Ar | 60 | N ₂ | 70 | 500 | 15 |
| | (TiAlY)CN① | TiAlY | 35 | 150 | -30 | N ₂ | 200 | CH ₄ | 70 | 500 | 50 |
| | (TiAlY)CN② | TiAlY | 35 | 150 | -30→-200 ^{注3)} | N ₂ | 200 | CH ₄ | 70 | 500 | 10 |
| | (TiAlY)CN③ | TiAlY | 35 | 150 | -200→-30 ^{注4)} | N ₂ | 200 | CH ₄ | 70 | 500 | 5 |
| | (TiAlY)CN④ | TiAlY | 35 | 150 | -30 | N ₂ | 200 | CH ₄ | 70 | 500 | 15 |
| 比較例 4 | 加熱 | — | — | — | — | — | — | — | — | 500 | 60 |
| | エッチング | TiAlY | 35 | 120 | -600 | Ar | 60 | N ₂ | 70 | 500 | 15 |
| | (TiAlY)N | TiAlY | 35 | 150 | -200 | Ar | 20 | N ₂ | 165 | 500 | 40 |
| 比較例 5 | 加熱 | — | — | — | — | — | — | — | — | 500 | 60 |
| | エッチング | TiAlY | 35 | 120 | -600 | Ar | 60 | N ₂ | 70 | 500 | 15 |
| | (TiAlY)CN | TiAlY | 35 | 150 | -200 | N ₂ | 165 | CH ₄ | 65 | 500 | 40 |

注1) 蒸発源の陽極と陰極の間のアーク電圧

注2) 基材と真空容器の間の基材電圧

注3) 基材電圧を10分かけて-30Vから-200Vまで連続的に降下した。

注4) 基材電圧を5分かけて-200Vから-30Vまで連続的に上昇した。

【0028】使用ターゲット欄のTiAlYは(Ti, Al, Y) = 45:45:10 (原子比) のターゲットを示し、TiはTiターゲットを示した。作製した試料の膜厚とTi/Al比を表5に示した。なお、Yの原子比はいずれの実施例、比較例でも基材電圧による顕著な変化は見られなかった。例えば、実施例3の中間部分

(Ti, Al, Y) N膜を分析したところエッジ稜線の近接部の金属成分原子比は(Ti, Al, Y) = 50.4:39.6:10、面方向にエッジ稜線から幅2mmを超えた領域の金属成分原子比は(Ti, Al, Y) = 47.9:42.1:10であり、比較例4の中間部分(Ti, Al, Y) N膜を分析したところエッジ稜線の近接部の金属成分原子比は(Ti, Al, Y) = 50.4:39.6:10、面方向にエッジ稜線から幅2mmを超えた領域の金属成分原子比は(Ti, Al, Y) = 47.9:42.1:10であった。

【0029】

【表5】

| 試料名 | 被膜の種類 | TiAl化合物膜 | | | | 総膜厚 (μm) |
|------|-------------|-----------------|-------------------------|--------------------------------|---------------------------------------|--------------------------|
| | | 構造 | 膜厚 (μm) | エッジ近 接部の Ti/Al比 (原子比) | エッジから2 mm離れた箇 所のTi/Al比 (原子比) | |
| 実施例3 | (Ti,Al,Y)N | 基材側(Ti,Al,Y)N | 1.0 | 1.14 | 1.14 | 3.4 |
| | | 中間部分(Ti,Al,Y)N | 1.3 | 1.27 | | |
| | | 表面側(Ti,Al,Y)N | 1.1 | 1.14 | | |
| 実施例4 | (Ti,Al,Y)N | 基材側(Ti,Al,Y)CN | 1.0 | 1.13 | 1.13 | 3.5 |
| | | 中間部分(Ti,Al,Y)CN | 1.3 | 1.28 | 1.14 | |
| | | 表面側(Ti,Al,Y)CN | 1.1 | 1.14 | 1.14 | |
| 比較例4 | (Ti,Al,Y)N | 均一組成(Ti,Al,Y)N | 2.9 | 1.27 | 1.14 | 2.9 |
| 比較例5 | (Ti,Al,Y)CN | 均一組成(Ti,Al,Y)CN | 3.0 | 1.28 | 1.14 | 3.0 |

【0030】実施例3と比較例4について実地試験1と同様にスクラッチ強度測定と切削試験を行い、その結果を表6に示した。

*【0031】

【表6】

*

| 試料名 | スクラッチ強度 (N) | 逃げ面摩耗量 (mm) |
|------|----------------|----------------|
| 実施例3 | 80 | 0.06 |
| 実施例4 | 85 | 0.05 |
| 比較例4 | 70 | 0.11 |
| 比較例5 | 65 | 0.12 |

【0032】表6に示されるように実施例3、4は比較例4、5よりもスクラッチ強度が高く、逃げ面摩耗量Vも小さい。このことから実施例3、4は比較例4、5よりも被膜と基材の密着性が高く、耐摩耗性に優れていることが分かる。

※【実施試験3】ターゲットにTiAlMnCrを用い表7に示す条件でコーティングした以外は実地試験1と同様に行った。

【0034】

【表7】

【0033】

※

| 試料名 | 工程 | ターゲット | アーク 電圧 (V) | アーク 電流 (A) | 基材電圧 ^{注2)} (V) | ガス① | | ガス② | | 加熱 温度 ($^{\circ}\text{C}$) | 時間 (分) |
|------|---------------|----------|------------------|------------------|----------------------------|----------------|-------------------------|----------------|-------------------------|------------------------------------|-----------|
| | | | | | | 種類 | 流量 (SCCM) | 種類 | 流量 (SCCM) | | |
| 実施例5 | 加熱 | — | — | — | — | — | — | — | — | 500 | 60 |
| | イグナイト | — | 40 | 120 | -600 | Ar | 60 | N ₂ | 70 | 500 | 15 |
| | (TiAlMn,Cr)N① | TiAlMnCr | 40 | 150 | -35 | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 50 |
| | (TiAlMn,Cr)N② | TiAlMnCr | 40 | 150 | -35→-300 ^{注3)} | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 20 |
| | (TiAlMn,Cr)N③ | TiAlMnCr | 40 | 150 | -30 | N ₂ | 200 | — | — | 500 | 10 |
| 比較例6 | 加熱 | — | — | — | — | — | — | — | — | 500 | 60 |
| | イグナイト | — | 40 | 120 | -600 | Ar | 60 | N ₂ | 70 | 500 | 15 |
| | (TiAlMn,Cr)N | TiAlMnCr | 35 | 150 | -50 | N ₂ | 215 | — | — | 500 | 55 |

注1) 蒸発源の陽極と陰極の間のアーク電圧

注2) 基材と真空容器の間の基材電圧

注3) 基材電圧を-35Vから-70Vまで降下した後-70Vで4分間保持し、-70Vから-100Vまで降下した後-100Vで4分間保持し、-100Vから-150Vまで降下した後-150Vで4分間保持し、-150Vから-200Vまで降下した後-200Vで4分間保持し、-200Vから-300Vまで降下した後-300Vで4分間保持した。

【0035】使用ターゲット欄のTiAlMnCrは(Ti,Al,Mn,Cr)=45:45:5:5(原子比)のターゲットを示した。作製した試料の膜厚とT

i/Al比を表8に示した。なお、基材電圧の低下させるとエッジ稜線の近接部のMn原子比はTiと同様に増加し、エッジ稜線の近接部のCr原子比はAlと同様に減少した。例えば、実施例5についてエッジ稜線の近接部の(Ti,Al,Mn,Cr)N膜を深さ方向に分析したところ基材側の金属成分原子比は(Ti,Al,Mn,Cr)=46.1:43.9:4.2:5.8、中間部分の金属成分原子比は(Ti,Al,Mn,Cr)=51.1:38.9:4.6:5.4、表面側の金属成分原子比は(Ti,Al,Mn,Cr)=46.1:43.9:4.2:5.8であり、比較例6についてエッジ稜線の近接部の(Ti,Al,Mn,Cr)N膜を

深さ方向に分析したところ金属成分原子比は (Ti, Al, Mn, Cr) = 46.5 : 43.5 : 4.2 : 5.8 であった。 * 【0036】
【表8】

| 試料名 | 被膜の種類 | TiAl化合物膜 | | | | 総膜厚 (μm) |
|-------|-------------------|------------------------|---------|-----------------------|--------------------------------|----------|
| | | 構造 | 膜厚 (μm) | エッジ近接部の Ti/Al 比 (原子比) | エッジから 2mm 離れた箇所の Ti/Al 比 (原子比) | |
| 実施例 5 | (Ti, Al, Mn, Cr)N | 基材側 (Ti, Al, Mn, Cr)N | 1.0 | 1.05 | 1.05 | 3.2 |
| | | 中間部分 (Ti, Al, Mn, Cr)N | 1.2 | 1.31 | | |
| | | 表面側 (Ti, Al, Mn, Cr)N | 1.0 | 1.05 | | |
| 比較例 6 | (Ti, Al, Mn, Cr)N | 均一組成 (Ti, Al, Mn, Cr)N | 3.3 | 1.07 | 1.07 | 3.3 |

【0037】実施例5と比較例6について実地試験1と ※ 【0038】
同様にスクラッチ強度測定と切削試験を行い、その結果 【表9】
を表9に示した。 ※

| 試料名 | スクラッチ強度 (N) | 逃げ面摩耗量 (mm) |
|-------|-------------|-------------|
| 実施例 5 | 80 | 0.06 |
| 比較例 6 | 40 | 0.12 |

【0039】表9に示されるように実施例5は比較例6よりもスクラッチ強度が高く、逃げ面摩耗量V_Bも小さい。このことから実施例5は比較例6よりも被膜と基材の密着性が高く、摩耗しにくいことが分かる。

【0040】

【発明の効果】TiAl化合物膜被覆部材の耐摩耗性、耐酸化性、密着性にTiAl化合物膜被覆条件の基材電圧が影響をおよぼすという知見を得た。上述したようにTiAl化合物膜形成工程中に該真空容器と該基材間に印加する基材電圧を-20V~-300Vの範囲で連続的および/または段階的に降下させたのち上昇させるという調整を行いTiAl化合物膜を被覆したTiAl化合物膜被覆部材は従来のTiAl化合物膜被覆部材に比べて切削性能に優れる。本発明を応用した切削工具は従来の切削工具に比較して切削性能、特に耐摩耗性、耐酸

化性、密着性が向上するという効果を発揮するものである。

【図面の簡単な説明】

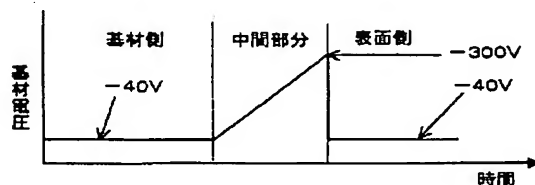
【図1】実施例1 (Ti, Al) N被覆工程において連続的に基材電圧を調整したことを示す基材電圧調整パターン図

【図2】実施例2 (Ti, Al) N被覆工程において段階的に基材電圧を調整したことを示す基材電圧調整パターン図

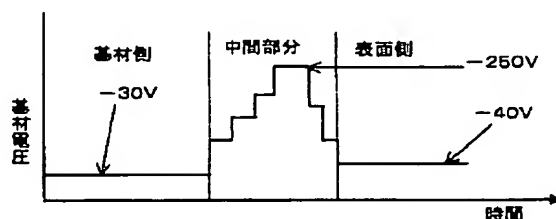
【図3】実施例3 (Ti, Al, Y) N被覆工程において連続的に基材電圧を調整したことを示す基材電圧調整パターン図

【図4】実施例5 (Ti, Al, Mn, Cr) N被覆工程において段階的に基材電圧を調整したことを示す基材電圧調整パターン図

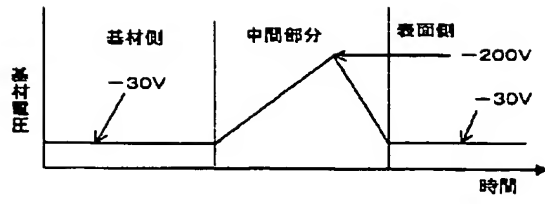
【図1】



【図2】



【図 3】



【図 4】

